

MDI M-447

Prélèvement : Surfaique sur demi-compresse en coton imprégnée

Analyse : HPLC phase inverse détection UV

Données de validation _____ Validation complète

Numéro de la méthode _____ M-447

Substances

Informations générales

Nom	Classification CMR	Lien CMR	Fiche Toxicologique
MDI	C2	Dossier CMR-INRS	FT-129

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
MDI	101-68-8	C ₁₅ H ₁₀ N ₂ O ₂	250,27	4,4'-diisocyanate de diphénylméthane

Substance	données de validation
MDI	Validation_351

Famille de substances

- ISOCYANATES MONOMERES

Principe et informations

Cette méthode concerne le prélèvement du MDI présent sur des surfaces de travail peu rugueuses et l'analyse par chromatographie en phase liquide couplée à une détection UV. Le prélèvement est réalisé par essuyage à l'aide d'une lingette (demi-compresse) pré-imprégnée de 1-(2-méthoxyphényl)pipérazine (MPP).

Les isocyanates monomères réagissent avec la 1-(2-méthoxyphényl)pipérazine présente dans le média ou sur le support de collecte, pour former les dérivés uréides correspondants. Ces dérivés sont ensuite séparés et quantifiés par chromatographie liquide en phase inverse.

La méthode a été validée selon les indications du **protocole de mise au point de méthodes de prélèvement surfacique et d'analyse de substances chimiques sur les surfaces de travail** ¹ (V1-mai 2019).

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-surfaces/metropol-analyse-validation-surfaces.pdf>

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Particules en suspension (liquides ou/et solides)

Type de prélèvements _____ Surfaique

Principe général et mise en oeuvre du prélèvement surfaique ²

² <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-surfaique/metropol-prelevement-surfaique.pdf>

Nom du dispositif _____ demi-compresse en coton imprégnée

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur _____ ULTRAVIOLET (UV)

Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif
MDI	2,2 µg/100 cm ²	22 µg/100 cm ²

Liste des réactifs

- 1-2 METHOXYPHENYL-PIPERAZINE
- ACETATE D'AMMONIUM
- ACETONITRILE
- ACIDE SULFURIQUE
- EAU
- ETHANOL

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ³

³ <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Le prélèvement surfacique ⁴

⁴ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-surfacique/metropol-prelevement-surfacique.pdf>

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ▪ DEMI-COMPRESSE COTON

Préparation du substrat :

Des compresses en coton tissé Mercurochrome® sont coupées en deux parties égales d'environ 500 mg.

Chaque demi-comresse est trempée dans une solution de 1,2 méthoxy phénylpipérazine (MPP) à 3 g/L dans le toluène, puis séchées sous sorbonne.

Les demi-compresses imprégnées sèches peuvent être conditionnées groupées dans un contenant type verre ambré ou verre à l'abri de la lumière. Il est conseillé de les utiliser dans les 7 jours qui suivent l'imprégnation.

Toute compresse en coton peut être utilisée à condition qu'elle ne contienne pas d'éléments chimiques susceptibles d'interférer sur l'analyse.

Conditions de prélèvement

Particularités, commentaires, conseils :

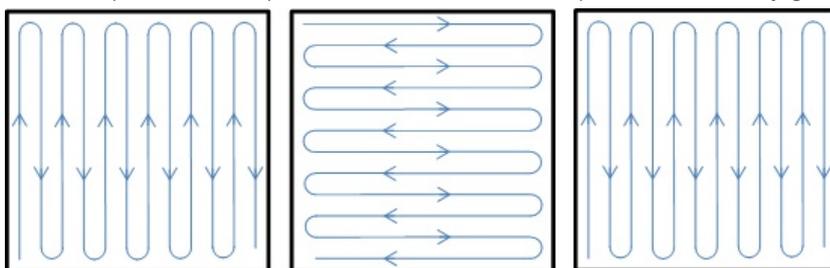
La demi-comresse imprégnée est sortie de son conditionnement.

500 µL de solvant d'imprégnation sont déposés de façon homogène sur la surface de la compresse dans son pliage initial. L'éthanol est privilégié, même si d'autres solvants pourraient être utilisés (cf données de validation).

Un premier passage est effectué sur la surface à prélever, en procédant à des balayages de sorte à couvrir l'intégralité de la superficie (10*10 cm) sans pression excessive.

La demi-comresse est ensuite repliée sur elle-même pour un deuxième essuyage perpendiculaire.

La demi-comresse est enfin repliée une seconde fois sur elle-même pour un troisième essuyage identique au premier.



Après le prélèvement, la demi-comresse est conditionnée dans un flacon en verre pour le transport, idéalement ambré ou à l'abri de la lumière. S'ils sont également destinés à l'extraction solvant, les flacons doivent avoir une contenance d'au moins 15 mL.

L'usage de flacons plastiques, surtout s'ils sont également dédiés à l'extraction en laboratoire, est fortement déconseillé par risque de contamination par migration d'interférents chimiques.



Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire ⁵

⁵ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf>

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 28 jours

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Les prélèvements sont conservés à 4°C ± 2.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ ACETONITRILE

Type de préparation _____ ■ Extraction

Volume _____ 10 mL

Temps d'agitation _____ 10 min

Ultrasons _____ 10 min

Autres conditions de préparation :

Les échantillons sont agités de manière mécanique pendant 10 minutes puis passés aux ultra-sons 10 minutes.

Filtration :

Les échantillons préparés sont filtrés sur une membrane en PTFE de 0,45 µm avant injection et le filtrat est récupéré dans un flacon en verre.

Dérivation

Moment de la dérivation _____ au prélèvement

Réactif _____ ■ 1-(2-METHOXYPHENYL)PIPERAZINE

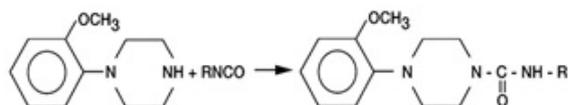
Nom du/des dérivé(s) formé(s) et numéro(s) CAS correspondants :

Masse molaire MDI 250 g.mol⁻¹

Masse molaire dérivé uréide 634 g.mol⁻¹

Commentaires :

Réaction de la dérivation :



1 condition analytique :

Condition analytique n° 1

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique _____ ■ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE

Injecteur _____ ■ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE C18

Détecteur _____ ■ ULTRAVIOLET (UV)

Phase mobile _____ ■ ACETONITRILE

■ EAU TAMPONNEE

Étalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants⁶

⁶<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ Même solvant que celui des échantillons

Commentaires :

L'étalonnage peut être réalisé

- soit à partir de solutions du dérivé synthétisé au laboratoire
- soit à partir de solutions préparées avec la substance elle-même déposée et dérivée directement sur les compresses imprégnées.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Le dosage est effectué avec le dérivé. Il est donc nécessaire de convertir le résultat pour obtenir la quantité en MDI.

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

- 1 | D.A. BAGON, C.T. WARWICK, R.H. BROWN Evaluation of total isocyanate in air, method using 1-(2-methoxyphenyl) piperazine and HPLC. Ind. Hyg. Assoc. J. 1984,45(1). pp.39-43
- 2 | C.J. WARWICK, D.A. BAGON, C.J.PURNELL Application of electrochemical detection to the measurement of free monomeric aromatic and aliphatic isocyanates in air by high-performance chromatography, Analyste. 1981, Vol. 106, June, pp.676-685.
- 3 | P. SIMON, O. MOULUT Separation of the urea piperazine derivatives of polyisocyanate monomers and prepolymers by normal phase chromatography, Journal of Liquid Chromatography, 1988, 11 (9-10), pp.2071-2089.
- 4 | A. ROBERT, P. SIMON A solvent-free sampling method for airborne toluene diisocyanate. Chromatographia, 1987, vol. 23, n°7, July, pp, 507-511.
- 5 | Norme X 43-263 Octobre 1991, Air des lieux de travail, prélèvement et dosage des isocyanates monomères. Paris-La Défense, AFNOR, 1991,17p.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet le nouvelle version
M-447/V01	Octobre 2022	Création de la méthode